

TITLE: Alumina dispersed polishing liquid - contains monocarboxylic acid containing nitrogen and alumina of specific mean particle size dispersed in water base medium

PRIORITY-DATA: 1998JP-0157909 (June 5, 1998)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO JP 11349926 A  
PUB-DATE December 21, 1999  
LANGUAGE PAGES MAIN-IPC  
008 C09K003/14

INT-CL (IPC): C09K 3/14

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 11349926A  
BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - Alumina and a monocarboxylic acid containing nitrogen are dispersed in a water base dispersion medium whose pH is adjusted to 3-6. Alumina particles have mean particle size of 5-100 nm.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for manufacturing method of the polishing liquid.

USE - Used for chemical and mechanical polishing.

ADVANTAGE - Alumina particles are not aggregated and hence does not pose viscosity and sedimentation problems, as a result of which it excels in storage stability. Surface defects such as scratch or cracks are not noted on a processed object.

L2: Entry 1 of 1

File: JPAB

Dec 21, 1999

PUB-NO: JP411349926A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11349926 A

TITLE: ALUMINA DISPERSED POLISHING LIQUID AND PRODUCTION OF ALUMINA DISPERSED POLISHING LIQUID

PUBN-DATE: December 21, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

KAWADA, KENJI

OKURA, HIROSUKE

OCHIAI, TETSUYA

INT-CL (IPC): C09K 3/14

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject polishing liquid capable of avoiding trouble caused by thickening when dispersing alumina, the gelation, sedimentation, aggregation, etc., after the dispersion by including a nitrogen-containing monocarboxylic acid and a fine alumina dispersed in an aqueous dispersion medium and regulating the pH.

SOLUTION: This polishing liquid is obtained by including a nitrogen- containing monocarboxylic acid (preferably nicotinic acid or glycine) and an alumina dispersed in an aqueous dispersion medium and having 5-100 nm average primary particle diameter (preferably the one selected from

AN 132:39338 CA

TI Alumina-dispersed abrasive solutions for  
mechanochemical polishing and their manufacture

IN Kawada, Kenji; Ohkura, Kosuke; Ochiai, Tetsuya

PA Taiho Kogyo Co., Ltd., Japan

30 Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 8 pp.

CODEN: JKXXAF

DT Patent

LA Japanese

FAN. CNT 1

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
JP 11349926	A2	19991221	JP 1998-157909	19980605

TI Alumina-dispersed abrasive solutions for  
mechanochemical polishing and their manufacture

AB The solns. of pH 3-6 are manufd. by mixing N-contg. monocarboxylic acids, aq. dispersants, Al2O3 with av. primary particle size 5-100 nm and dispersing. The obtained solns. are also claimed. The solns. show good storage stability.

ST alumina abrasive monocarboxylic acid  
mechanochem polishing; storage stability alumina  
abrasive monocarboxylic acid

IT Polishing  
(chem.-mech.; manuf. of alumina-dispersed abrasive  
solns. with good storage stability for mechanochem. polishing)

IT Abrasives  
(manuf. of alumina-dispersed abrasive solns. with  
good storage stability for mechanochem. polishing)

IT 56-40-6, Glycine, uses 59-67-6, Nicotinic acid, uses  
98-98-6, Picolinic acid 147-85-3, Proline, uses  
1344-28-1, AKP-G 008, uses

RL: TEM (Technical or engineered material use); USES (Uses)

(manuf. of alumina-dispersed abrasive solns. with

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-349926

(43) 公開日 平成11年(1999)12月21日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 9 K 3/14

識別記号

5 5 0

F I

C 0 9 K 3/14

5 5 0 D

5 5 0 Z

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号

特願平10-157909

(22) 出願日

平成10年(1998)6月5日

(71) 出願人 000108546

タイホー工業株式会社

東京都港区高輪2丁目21番44号

(72) 発明者 河田 研治

神奈川県横浜市泉区和泉町7407-1-306

(72) 発明者 大蔵 宏祐

神奈川県平塚市田村5556-3

(72) 発明者 落合 哲也

神奈川県藤沢市渡内三丁目7-19-1-201

(74) 代理人 弁理士 福村 直樹

(54) 【発明の名称】 アルミナ分散研磨液およびアルミナ分散研磨液の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 沈降及び凝集等がなくて長期保存性に優れ、被加工物に表面欠陥を生じさせることのないアルミナ分散研磨液及びその製造方法の提供。

【解決手段】 窒素原子含有モノカルボン酸、及び水系分散媒に分散され、微細なアルミナを含有し、弱酸性に調整されてなるアルミナ分散砥粒液、及び前記各成分を混合し分散処理する製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒素原子を含むモノカルボン酸、及び水系分散媒に分散された5～100nmの平均一次粒径を有するアルミナを含有し、pH3～6に調整されてなることを特徴とするアルミナ分散研磨液。

【請求項2】 前記窒素原子を含むモノカルボン酸が、窒素原子を複素原子とする複素環化合物、及びアミノ酸よりなる群から選択される少なくとも一種である前記請求項1に記載のアルミナ分散研磨液。

【請求項3】 前記窒素原子を含むモノカルボン酸が、ニコチン酸、ピコリン酸、プロリン及びグリシンよりなる群から選択される少なくとも一種である前記請求項1に記載のアルミナ分散研磨液。

【請求項4】 前記アルミナが $\alpha$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ及び $\delta$ -アルミナよりなる群から選択される少なくとも一種である前記請求項1～3のいずれか1項に記載のアルミナ分散研磨液。

【請求項5】 窒素原子を含むモノカルボン酸、水系分散媒、及び5～100nmの平均一次粒径を有するアルミナを混合し、分散処理することを特徴とするpH3～6に調整されてなるアルミナ分散研磨液の製造方法。

【請求項6】 前記窒素原子を含むモノカルボン酸が、窒素原子を複素原子とする複素環化合物、及びアミノ酸よりなる群から選択される少なくとも一種である前記請求項5に記載のアルミナ分散研磨液の製造方法。

【請求項7】 前記窒素原子を含むモノカルボン酸が、ニコチン酸、ピコリン酸、プロリン及びグリシンよりなる群から選択される少なくとも一種である前記請求項5に記載のアルミナ分散研磨液の製造方法。

【請求項8】 前記アルミナが $\alpha$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ及び $\delta$ -アルミナよりなる群から選択される少なくとも一種である前記請求項5～7のいずれか1項に記載のアルミナ分散研磨液の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、アルミナ分散研磨液及びその製造方法に関し、更に詳しくは、化学的機械的研磨法（Chemical Mechanical Polishing、以下CMPと略称することがある。）に使用されることができ、アルミナの沈降及び凝集を抑制することによってスクラッチ発生等の諸問題を解消するアルミナ分散研磨液及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】アルミナは古くから研磨材として使用されていた。元々は研磨材として使用されていたのは、天然に算するコランダム（ $\alpha$ -アルミナ）であったが、その後に人造砥粒としてアラシダム（ $\alpha$ -アルミナ）が開発され、近年においてはA系あるいはWA系と称される多くのアルミナ研磨材が使用されている。

【0003】これらのアルミナは研磨材として砥石及びラッピング等に用いられるのであるが、その平均粒径が小さくとも1 $\mu$ m位迄であった。

【0004】ところが、最近の半導体製造プロセスにおいては、砥粒として微細なアルミナが要求され、使用されている。一方、最近の半導体デバイスは高密度高集積化しており、配線の三次元化即ち多層配線構造が不可欠になっている。そのような半導体デバイスのウエハーの製造工程で、ウエハーの表面に微小な段差が発生すると、そのような段差はパターン解像度並びに歩留まり及び信頼性を低下させるので、ウエハーの表面を可能な限り平坦化することが必要になり、そのような技術が重要視されている。

【0005】その平坦化技術として、研磨による方法、特にCMPが注目されている。CMPによりアルミニウム、銅、タングステン等の配線金属材料を研磨する研磨材として、微細アルミナを分散してなる研磨スラリーが、使用されている。なお、CMPについての詳細は、米国特許第4671851号、同特許第910155号、同特許第4944836号、同特許第4789648号、同特許第5209816号、同特許第5157816号、同特許第5157876号、同特許第5137544号、及び同特許第4956313号に係る明細書、並びに特開平10-44047号公報に開示されている。

【0006】前記研磨スラリーの組成は、主として、アルミナと、分散媒としての水、化学的作用を付加するための酸化剤とを含んで形成される。前記研磨スラリーには、アルミナの沈降及び凝集等を防止するために、分散剤として界面活性剤及びポリマー安定剤等が添加されることもある。

【0007】一般にアルミナ含有の研磨スラリーは、酸化剤等の添加剤は所定の濃度に調整された酸化剤等の添加剤を含有する水系溶媒混合物に、アルミナの高濃度分散液が添加され、次いで所望のアルミナ濃度に希釈されることにより調整される。

【0008】前記CMPに使用されるアルミナ含有の研磨スラリーにおける問題点の一つは、研磨スラリーの分散安定性である。

【0009】研磨スラリーの分散安定性が悪いと、凝集した二次粒子の径が増大して砥粒の機械的作用が大きくなり過ぎ、スクラッチ、ピット、ディボット等が発生したり、そのために段差の修正能力が著しく低下する。また、凝集した二次粒子が沈降することにより研磨スラリー中の砥粒濃度が変動し、安定的な研磨加工が阻害されるといった種々の問題を誘発する。

【0010】さらに、例えば、平均一次粒子径が5～100nmの微細アルミナ粉等を、その濃度が例えば15重量%以上になるように水系分散媒に分散させようとしても、例えば、微細アルミナ粉が空気を抱き込むこと等

によって、砥粒スラリーを容易に得ることができないという問題、得られる砥粒スラリーの粘度が著しく上昇してしまうという問題、得られる砥粒スラリーの取り扱いが悪いという問題、微細アルミナを所定の水系溶媒に分散処理するのに長時間を要し、砥粒スラリーの生産効率が低いという問題、アルミナ濃度のより高い砥粒スラリーを得ることが困難であるという問題等があった。

【0011】この発明は、従来の技術における問題点を解消することを目的とする。

【0012】この発明の目的は、アルミナ分散字の増粘、分散語のゲル化、沈降、凝集等に起因する不具合を回避することができるアルミナ分散研磨液及びその製造方法を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するためのこの発明は、窒素原子を含むモノカルボン酸、及び水系分散媒に分散された5～100nmの平均一次粒径を有するアルミナを含有し、pH3～6に調整されてなることを特徴とするアルミナ分散研磨液であり、このアルミナ分散研磨液の好適な態様においては、前記窒素原子を含むモノカルボン酸が、窒素原子を複素原子とする複素環化合物、及びアミノ酸よりなる群から選択される少なくとも一種であり、このアルミナ分散研磨液の更に好適な態様においては、前記窒素原子を含むモノカルボン酸が、ニコチン酸、ピコリン酸、プロリン及びグリシンよりなる群から選択される少なくとも一種であり、このアルミナ分散研磨液の好適な態様においては、前記アルミナが $\alpha$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ及び $\delta$ -アルミナよりなる群から選択される少なくとも一種であり、前記課題を解決するための他の発明は、窒素原子を含むモノカルボン酸、水系分散媒、及び5～100nmの平均一次粒径を有するアルミナを混合し、分散処理することを特徴とするpH3～6に調整されてなるアルミナ分散研磨液の製造方法であり、このアルミナ分散研磨液の製造方法の好適な態様においては、前記窒素原子を含むモノカルボン酸が、窒素原子を複素原子とする複素環化合物、及びアミノ酸よりなる群から選択される少なくとも一種であり、このアルミナ分散研磨液の製造方法の好適な態様においては、前記アルミナが $\alpha$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ及び $\delta$ -アルミナよりなる群から選択される少なくとも一種である。

【0014】

【発明の実施の形態】—アルミナ分散研磨液—

この発明におけるアルミナ分散研磨液は、水系分散媒に分散され、微細なアルミナと、窒素原子を含むモノカルボン酸（以下において、窒素原子含有モノカルボン酸と

称することがある。）とを含有し、弱酸性に調整されてなる。

【0015】この発明におけるアルミナとしては、例えば、無水アルミニウム酸化物、含水アルミニウム酸化物等を挙げることができ、具体的には例えば、 $\alpha$ -アルミナ、 $\delta$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ等の無水アルミナ、ペーマイト、ギブサイト、バイヤライト、ノルストランダイト、ダイアスポア、トーダイト、アルミナゲル等のアルミナ水和物（「水酸化アルミニウム」と称することもできる。）等を挙げることができる。なお、この発明においては、特に断らない限り、「アルミナ」の意味は「無水アルミナ」と「アルミナ水和物」とを包含する。

【0016】これらの中でも好ましいアルミナは、 $\alpha$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ及び $\delta$ -アルミナであり、これらよりなる群から選択される少なくとも一種を使用することができる。

【0017】前記アルミナの形態としては、例えば、所定の粒子径を有する微細な粒子、微粒子、微細粒子、粉体、微粉、微細粉等を採用することができ、その平均一次粒子径は、5～100nmであり、5～60nmであるのが好ましい。このアルミナの平均一次粒子径が前記範囲内にあると、アルミナ分散砥粒液におけるアルミナの分散が殊に良好になる。なお、この平均一次粒子径は、例えば、電子顕微鏡を用いて測定される平均粒径である。

【0018】この発明においては、アルミナ分散砥粒液におけるアルミナの配合量は、通常、多くても60重量%、好ましくは10～60重量%、より好ましくは15～50重量%である。アルミナの配合量が上記範囲内にあると、アルミナをより効果的に分散させることができる。前記アルミナ分散砥粒液におけるアルミナの配合量が多くても60重量%であると、例えば、アルミナ分散砥粒液中においてアルミナ同士の粒子間距離が短くなること等に起因する増粘、ゲル化等をより効果的に抑制することができる。

【0019】前記アルミナ分散砥粒液におけるアルミナの配合量が多くとも60重量%、特に10～60重量%であると、例えば、このアルミナ分散砥粒液の粘度を50～1000cpsに容易に調節することができるので、取り扱い性に優れたアルミナ分散砥粒液を得ることができる。

【0020】この発明における水系分散媒としては非アルカリ性の水系分散媒を挙げることができ、この非アルカリ性の水系分散媒としては、例えば、水、メタノール、エタノール、ノルマルプロピルアルコール、イソプロピルアルコール、アセトン、メチルエチルケトン、酢酸エチル、及び、エチレングリコールからなる群より選択される少なくとも1種の水系溶媒、これらの中から選択される2種以上を混合した水系混合溶媒等を挙げるこ

とができる。

【0021】前記水系混合溶媒としては、例えば、水とイソプロピルアルコールとの混合溶媒、水とメタノール及び／又はエタノールとの混合溶媒、水とエチレングリコールとイソプロピルアルコールとの混合溶媒、水とエチレングリコールとイソプロピルアルコールと酢酸エチルとの混合溶媒等を挙げることができる。

【0022】なお、この発明の目的を阻害しない限りにおいて、アルミナ及び窒素原子含有モノカルボン酸とを混合する前の水系分散媒は、酸性物質を含有していても良い。

【0023】この発明における窒素原子含有モノカルボン酸は、分子内に少なくとも1個の窒素原子を含んでいるモノカルボン酸であれば特に制限はなく、以下に示されるような、有機化合物、生体アミン類、アミノ酸、糖質類、脂質、ビタミン及び補酵素類、並びに、分析用有機試薬からなる群より選択される少なくとも1種の窒素原子含有モノカルボン酸の中から、前記水系溶媒又は水系混合溶媒に容易に溶解し、酸性ないし中性を示す下記化合物を適宜に選択することができる。

【0024】前記有機化合物としては、例えば、N-アセチルグリシン、o-アセトアミド安息香酸、m-アセトアミド安息香酸、p-アセトアミド安息香酸、o-アミノ安息香酸（アントラニル酸）、m-アミノ安息香酸、p-アミノ安息香酸、 $\beta$ -アミノイソ吉草酸、 $\alpha$ -アミノ吉草酸、 $\gamma$ -アミノ吉草酸、 $\delta$ -アミノ吉草酸、o-アミノケイ皮酸、m-アミノケイ皮酸、p-アミノケイ皮酸、3-アミノサリチル酸、4-アミノサリチル酸、5-アミノサリチル酸、2-アミノ-3-ニトロ安息香酸、2-アミノ-5-ニトロ安息香酸、3-アミノ-2-ニトロ安息香酸、3-アミノ-4-ニトロ安息香酸、3-アミノ-5-ニトロ安息香酸、3-アミノ-6-ニトロ安息香酸、4-アミノ-3-ニトロ安息香酸、o-アミノフェニルグリオキシル酸（イサチン酸）、3-アミノ-3-フェニルプロピオン酸、dl- $\alpha$ -アミノ酪酸、L- $\alpha$ -アミノ酪酸、 $\alpha$ -アミノ酪酸、 $\beta$ -アミノ酪酸、 $\gamma$ -アミノ酪酸、アラニン、DL-アラニン、アランツル酸、アルギニン、L-アルギニン、アレカイジン、アロキサニル酸、アントラニル酸、アンピシリン、イソニコチン酸、イソバリン、イソロイシン、L-イソロイシン、3-インドリル酢酸、イミダゾールアクリル酸（ウロカニン酸）、シュウ酸モノアニリド（オキサニル酸）、シュウ酸モノアミド（オキサミド酸）、オキサリル酸、o-カルボキシオキサニル酸、6-メトキシ-4-キノリンカルボン酸（キニン酸）、4-ヒドロキシ-2-キノリンカルボン酸（キヌレン酸）、3-キノリンカルボン酸、4-キノリンカルボン酸（シンコニン酸）、5-キノリンカルボン酸、グアニジノ酢酸（グリコシアミン）、グルタミン、グルタミン酸5-ナトリウム、コハク酸モノアミド（スクシニアミド酸）、サル

コシン、シアノ酢酸、2-シアノプロピオン酸、2, 3-ジアミノ安息香酸、2, 4-ジアミノ安息香酸、2, 5-ジアミノ安息香酸、3, 4-ジアミノ安息香酸、3, 5-ジアミノ安息香酸、システイン、シトルリン、2, 4-ジニトロ安息香酸、2, 5-ジニトロ安息香酸、2, 6-ジニトロ安息香酸、3, 4-ジニトロ安息香酸、3, 5-ジニトロ安息香酸、p-（ジメチルアミノ）安息香酸、 $\alpha$ -ショウノウアミド酸、3, 5-ジヨードチロシン、スタキドリン、o-スルファモイル安息香酸、p-スルファモイル安息香酸、セファロリジン、セリン、チロシン、2, 3, 5-トリアミノ安息香酸、3, 4, 5-トリアミノ安息香酸、2, 4, 6-トリニトロ安息香酸、トリプトファン、トレオニン、o-ニトロ安息香酸、m-ニトロ安息香酸、p-ニトロ安息香酸、o-ニトロケイ皮酸、m-ニトロケイ皮酸、p-ニトロケイ皮酸、3-ニトロサリチル酸、5-ニトロサリチル酸、o-ニトロフェニルプロピオン酸、p-ニトロフェニルプロピオン酸、ノルバリン、ノルロイシン、N-ベンゾイルグリシン（馬尿酸）、ヒスチジン、ヒダントイン酸、3-ヒドロキシ-2-インドールカルボン酸、4-ヒドロキシ-2-キノリンカルボン酸、ヒドロキシプロリン、2-ピリジンカルボン酸（ピコリン酸）、3-ピリジンカルボン酸（ニコチン酸）、4-ピリジンカルボン酸（イソニコチン酸）、ピロリジンモノカルボン酸、2-ピロールカルボン酸、L- $\alpha$ -ピロリジンカルボキシル酸（アロリン）、フェニルアラニン、N-フェニルアントラニル酸、2-フェニル-4-キノリンカルボン酸、N-フェニルグリシン、フタルアニル酸、フタルアミド酸、ベタイン、ペニシリンG、ペニシリンV、ヘモピロールカルボン酸、o-ベンズアミド安息香酸、メチオニン、N-メチルアントラニル酸、メチルレッド、6-メトキシ-4-キノリンカルボン酸、リシン、リジン、ロイシン等を挙げることができる。

【0025】前記生体アミン類としては、例えば、カルニチン等を挙げることができる。

【0026】前記アミノ酸としては、例えば、アザセリン、L-アスパラギン、L-2-アミノ酪酸、4-アミノ酪酸、L-アラニン（ $\alpha$ -アミノプロピオン酸）、 $\beta$ -アラニン（ $\beta$ -アミノプロピオン酸）、L-アルギニン、L-アロイソロイシン、L-アロトレオニン、L-イソロイシン、L-エチオニン、エルゴチオネイン、L-オルニチン、L-カナバニン、L-キヌレニン、グリシン（アミノ酢酸）、L-グルタミン、クレアチン、サルコシン、L-システイン、L-システイン酸、L-シトルリン、 $\beta$ -（3, 4-ジヒドロキシフェニル）-L-アラニン、3, 5-ジヨード-L-チロシン、L-セリン、L-チロキシン、L-チロシン、L-トリプトファン、L-トレオニン、L-ノルバリン、L-ノルロイシン、バリン、L-ヒスチジン、4-ヒドロキシ-L-プロリン、 $\delta$ -ヒドロキシ-L-リシン、L-フェニル

アラニン、L-プロリン、L-ホモセリン、L-メチオニン、1-メチル-L-ヒスチジン、3-メチル-L-ヒスチジン、L-リシン、L-ロイシン等を挙げることができる。

【0027】前記糖質類としては、例えば、D-ムラミン酸、N-アセチルノイラミン酸等を挙げることができる。

【0028】前記ビタミン及び補酵素類としては、例えば、ビオチン、パントテン酸等を挙げることができる。

【0029】前記分析用有機試薬としては、例えば、カルボキシアルセナゾ、キナルジン酸(2-キノリンカルボン酸)、2-(3,5-ジブロモ-2-ピリジルアゾ)-5-(ジメチルアミノ)安息香酸、5-スルホサリチル酸、3-ヒドロキシ-4-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-2-ナフトエ酸、フェニルチオヒダントイン酸、ローダミンB等を挙げることができる。

【0030】この発明において好適な窒素原子含有モノカルボン酸としては、窒素原子を複素原子とする複素環にカルボン酸基を結合する複素環化合物およびアミノ酸よりなる群から選択される少なくとも一種を挙げることができる。

【0031】前記複素環化合物としては、ピコリン酸、ニコチン酸、キナルジン酸、及びピラジモノカルボン酸等の芳香族系複素環化合物、ピロリジモノカルボン酸及びアロリン酸等の5員環複素環化合物、並びにアミノ酸等を挙げることができる。これら窒素原子含有モノカルボン酸の中でも、窒素原子を複素原子とする複素環化合物およびアミノ酸が好ましく、特にニコチン酸、ピコリン酸、アロリン酸及びグリシンよりなる群から選択される少なくとも一種が好ましい。

【0032】この中でも特に、ニコチン酸、グリシンをより好適に採用することができる。前記ニコチン酸、グリシンは、例えば、生体に対する安全性が高い等の利点も有する。

【0033】前記窒素原子含有モノカルボン酸は、例えば、前記アルミナ100重量部に対して、通常0.5~10重量部、好ましくは1~5重量部添加することができる。

【0034】この発明のアルミナ分散砥粒液には、前記水系分散媒のpHが弱酸性、特に3~6に調整されるように、前記窒素原子含有モノカルボン酸を添加することができる。このとき、脂肪族オキシ酸及び芳香族オキシ酸よりなる群から選択される少なくとも一種のオキシ酸を、pH調整剤として、添加しても良い。

【0035】前記オキシ酸としては、グリコール酸、乳酸、ヒドロアクリル酸、 $\alpha$ -オキシ酪酸、グリセリン酸、タルトロン酸、リンゴ酸、酒石酸、及びクエン酸等の脂肪族オキシ酸、並びにサリチル酸、m-オキシ安息香酸、p-オキシ安息香酸、没食子酸、マンデル酸、及

びトロバ酸等の芳香族オキシ酸を挙げることができる。これらの中でも、脂肪族オキシ酸が好ましく、特にグリコール酸と乳酸とが好ましい。

【0036】この発明においては、この発明の目的を達成することができる範囲内で、前記窒素原子含有モノカルボン酸と、他の酸、例えば、無機酸、有機酸、分子内に少なくとも2個のカルボキシル基を有するカルボン酸、例えば、ジカルボン酸、トリカルボン酸等、分子内に少なくとも1個の窒素原子を含み、少なくとも2個のカルボキシル基を有するカルボン酸、例えば、含窒素原子ジカルボン酸、含窒素原子トリカルボン酸等とを併用することができる。

【0037】前記無機酸としては、例えば、一般の無機酸、例えば、硫酸、塩酸、硝酸等を挙げることができる。

【0038】前記有機酸としては、例えば、水溶性の有機酸、例えば、酢酸、蟻酸、安息香酸、オキシ酸等を挙げることができる。

【0039】この発明においては、この発明における前記窒素原子含有モノカルボン酸を採用せずに、少なくとも2個のカルボキシル基を有するカルボン酸、例えば、含窒素原子ジカルボン酸等の二塩基酸を採用した場合には、前記アルミナ分散砥粒液中においてアルミニウム原子間で架橋反応が起こってしまうこと等により、アルミナ分散砥粒液の過度の増粘、ゲル化等を抑制することができず、アルミナの分散性が極端に悪くなるという不具合を生じる。

【0040】この発明における前記窒素原子含有モノカルボン酸を採用せずに、硝酸あるいは塩酸を採用する場合には、CMPにおいてアルミニウム、銅、タングステン等の金属層に対する化学的作用が強くなり過ぎて肌荒れを起こすことがある。また、溶媒として有機溶媒を使用する場合には、硝酸と有機溶媒との反応によって爆発性反応物が形成される恐れがある。また、ダイオキシンの環境問題、環境保全、公害防止等の観点からしても塩酸の使用量は、極力低減することが望ましい。また、酢酸、安息香酸、き酸は臭気が激しくて作業環境を悪化させるために望ましくない。

【0041】アルミナ分散砥粒液は、分子内に少なくとも1個の窒素原子を含むモノカルボン酸を水系分散媒中に添加した後に、弱酸性に調整した水系分散媒中で、アルミナを分散させて、得ることができる。

【0042】この発明においては、前記アルミナを正に帯電させることにより、前記アルミナを水系分散媒に効果的に分散させることができる。前記アルミナは、前記水系分散媒が酸性又は中性である場合に正に帯電し、このアルミナにおける電位の絶対値が高いほどポテンシャル障壁が高くなって、分散性がより向上する。

【0043】また、一般に、粉体は乾燥した状態であっても凝集して二次粒子を形成している(「乾燥凝集して

10

20

30

40

50

【0057】(比較例4)実施例1において、アルミナ分散液の配合を、イオン交換水68重量部、硫酸2重量部、 $\delta$ -アルミナ(デグサ社製、商品名:A1203-C, 平均一次粒径:13nm)30重量部に変えた以外\*

\*は、前記実施例1と同様に実施した。評価結果を表1および表3に示した。

【0058】

【表1】

分散剤		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
含窒素モノカルボン酸	ニコチン酸	2	2	2					
	グリシン				2				
含窒素ジカルボン酸	グリタミン					2			
	酸								
有機酸	酢酸						2		
	安息香酸							2	
無機質	硫酸								2
アルミナ	$\delta$ -7 $\mu$ m	30	15		30	30	30	30	30
	$\theta$ -7 $\mu$ m			30					
イオン交換水		68	83	68	68	68	68	68	68
初期粘度, cps		110	50	130	140	1万以上	130	2000	1万以上
常温30日後粘度, cps		120	65	140	150	ゲル化	200	ゲル化	ゲル化
2次粒子径, nm		162	98	220	185	—	233	—	—
臭気		○	○	○	○	○	×	×	○

【0059】

【表2】

被加工物	高純度アルミニウム試料
ポリシャ	硬質発砲ウレタン
相対速度	15m/min
加工圧	400g/cm <sup>2</sup>
加工時間	30min

※【0060】

【表3】

30

※

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
加工能率, $\mu$ m/min	0.15	0.12	0.20	0.13	0.08	0.15	0.09	0.10
表面欠陥	○	○	○	○	×	○	×	×

【0061】

【発明の効果】この発明によると、(1) アルミナ粒子同士の凝集を生じず、したがって増粘、沈降等を生じることがなくて保存安定性に優れたアルミナ分散研磨液を提供することができ、また、(2) 研磨に際して、被加工物にスクラッチ、ピット、ディボット等の表面欠陥を発生させることのないアルミナ分散研磨液を提供することができる。この発明に係るアルミナ分散研磨液は、アルミナの分散安定性が良好であるから、アルミナ分散研磨液★50

★或いはこれから調製された研磨スラリー中のアルミナの平均二次粒子の径が300nm以下になって沈降及び増粘が抑制されているので、長期保存に耐えられる。

【0062】この発明によると、(3) 微細なアルミナを分散する際に微細なアルミナが空気を抱き込むことによる増粘を起こすことなく安定したアルミナ分散研磨液を製造する方法を提供することができ、また、(4) アルミナの濃度の大きな、いわゆる高濃度のアルミナ分散液に調製することができるアルミナ分散研磨液の製造方法を

提供することができる。

---

【手続補正書】

【提出日】平成10年6月10日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】発明の名称

【補正方法】変更

【補正内容】

【発明の名称】アルミナ分散研磨液およびアルミナ分散  
研磨液の製造方法